

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-305895

(43)Date of publication of application : 01.11.1994

---

(51)Int.Cl.

C30B 29/30  
H03H 9/25  
H04B 1/40  
H04B 7/26

---

(21)Application number : 05-098256

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 26.04.1993

(72)Inventor : SATO MASAZUMI  
FURUKAWA YASUNORI  
INO HISAO

---

(54) LITHIUM TANTALATE SINGLE CRYSTAL, SURFACE ACOUSTIC WAVE ELEMENT AND MOBILE COMMUNICATION TELEPHONE

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a lithium tantalate single crystal having a sonic velocity variation of surface acoustic waves of less than a specified value by controlling the direction shift of subgrains contained in a grown single crystal within a specified value.

**CONSTITUTION:** This lithium tantalate single crystal is grown by using Li<sub>2</sub>O and Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> of high purities as raw materials by Czochralski process, etc. The grown crystal is converted to single domain and wafers are obtained from the crystal. Crystal qualities of the single crystal wafers are determined by X-ray diffraction and wafers having crystal direction shifts caused by subgrains in wafers, etc., of  $\leq 7$  minute are selected. This method allows to obtain a lithium tantalate single crystal having a property of a sonic velocity variation of surface acoustic waves of  $\leq \pm 0.01\%$ . By using the obtained single crystal as a substrate, a tandem type electric pole is formed on its surface to obtain a surface acoustic wave element. The obtained surface acoustic wave element is used as a filter of a mobile communication telephone.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-305895

(43)公開日 平成6年(1994)11月1日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 30 B 29/30	B	8216-4G		
H 03 H 9/25	C	7259-5J		
H 04 B 1/40		8949-5K		
7/26	V	9297-5K		

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-98256	(71)出願人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
(22)出願日 平成5年(1993)4月26日	(72)発明者 佐藤 正純 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社磁性材料研究所内
	(72)発明者 古川 保典 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社磁性材料研究所内
	(72)発明者 猪野 久夫 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社磁性材料研究所内
	(74)代理人 弁理士 大場 充

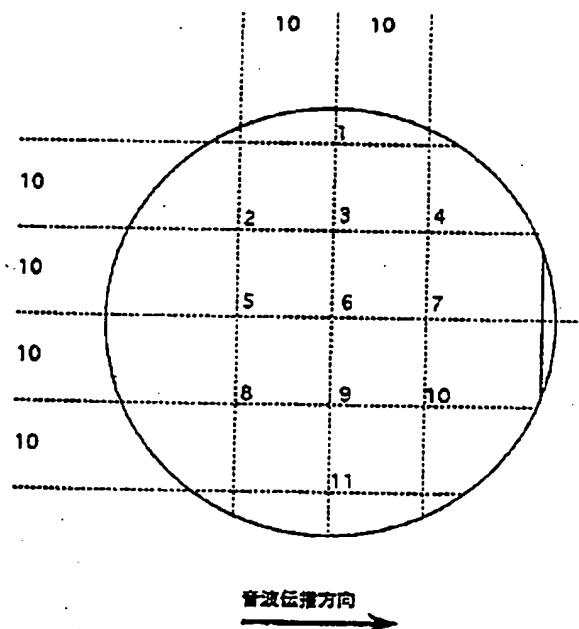
(54)【発明の名称】 タンタル酸リチウム単結晶および弾性表面波素子および移動通信用電話

(57)【要約】

【目的】 高周波帯域で安定に動作する表面弾性波素子および移動通信用電話を高歩留りで作成すること。また、これにより高度情報化社会の達成のために必須であるとされている高周波領域での情報の有効利用を可能にすること。

【構成】 育成された単結晶内に含まれるサブグレインの方位ズレを7分以内に制御することによって、表面弾性波の音速変動が±0.01%以下の特性が得られることを特徴とするタンタル酸リチウム単結晶である。

ウェハ測定点



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 育成された単結晶内に含まれるサブグレインの方位ズレを7分以内に制御することによって、表面弹性波の音速変動が±0.01%以下の特性が得られることを特徴とするタンタル酸リチウム単結晶。

【請求項2】 酸化物単結晶基板表面に樹形電極を形成し、該樹形電極の形状を変えることによって任意のフィルタ特性を得る表面弹性波素子に於いて、前記酸化物単結晶として請求項1記載のタンタル酸リチウム単結晶を用いたことを特徴とする表面弹性波素子。

【請求項3】 小型軽量で高周波数対応の表面弹性波素子を用いる移動通信用電話に於いて、前記移動通信用電話のフィルタとして請求項2記載の表面弹性波素子フィルタを用いたことを特徴とする移動通信用電話。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、移動通信用電話および表面弹性波素子に係わり、特に表面弹性波の音速変動が小さく、1GHz以上の中周波帯域におけるフィルタ特性およびその再現性に優れたタンタル酸リチウム単結晶およびそれを用いた表面弹性波素子および移動無線用電話に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 基板に酸化物単結晶 ( $\text{LiTaO}_3$ ,  $\text{LiNbO}_3$ 、水晶) を使った弹性表面波素子の用途はフィルター、レゾネーターとしてカラーテレビ、VTR、パーソナル無線器、ポケットベル、コードレス電話、自動車電話、CATV、衛星放送等に広く実用化されている。これら単結晶の中ではタンタル酸リチウム単結晶は電気機械結合係数が大きいことから高周波特性に優れるという特徴がある。タンタル酸リチウム単結晶は融点約1650°C、キュリー温度約600°Cの強誘電体結晶で、通常還元雰囲気中もしくは酸素を含む還元雰囲気中でイリジウム坩堝を用い、融液からショクラルスキー法により育成されている。育成された単結晶は多分域状態であるので、結晶温度をキュリー温度以上に保ち大気中もしくは酸素雰囲気中で、電界印加徐冷法により單分域化処理が行われる。この後、結晶はウェハ状に加工される。タンタル酸リチウム単結晶は弹性表面波の変換効率が大きく、かつ温度安定性に優れているため、現在では、表面弹性波素子用の基板として大量に用いられ、この表面弹性波素子はTVやVTR用の中間周波フィルタなどに使用されている。このような用途にタンタル酸リチウム単結晶を用いる場合には結晶の表面波速度の変動を非常に小さく抑えることが重要である。このため表面波速度に大きな影響を及ぼす結晶の組成を均一に制御する製造技術(例えば、公開621104)がこれまで開発してきた。また、結晶が单分域化されていない場合、即ち残留分域がある場合にも表面波速度に大きな影響を及ぼすことが明らかにされ(例えば、M. Sato et al. Japanese J. Appl. Phys., 28(1988)111) 単一分域化のためのいわゆるポーリング方法に関する技術(例えば、公開620256)も開発されてきた。一方、上記表面弹性波素子の特性に対して、結晶中に含まれる不純物や結晶粒界は悪影響をおよぼさないといわれており、実際に結晶中に例えばFe, Zr, Al, Cr, Mn, Rhなどの多くの不純物を含み着色したものや結晶粒界をふくむものを基板として用いても素子の要求特性を充分満足していた。このため、結晶基板の低価格化のために高価なイリジウム坩堝を用いず、白金-ロジウム合金の坩堝を用いて育成され、ロジウムを含み茶色に着色した結晶も多く使用されている。またMo坩堝を用いて育成されている場合もある。いずれにしてもサブ・グレインの存在はフィルター特性にたいして無関係であることが明らかにされていた(例えば、M. Sato et al. Japanese J. Appl. Phys., 28(1988)111)。近年のデバイスの開発状況は、より高周波領域での高性能な特性が要求される移動通信の分野の開発が活発化しており、この用途にタンタル酸リチウム単結晶をより活用しようとする動きがある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上記従来技術による表面弹性波フィルタを用いた移動通信用電話では近年のより高密度の情報通信網には対応できなくなってきた。すなわち移動通信用電話の普及が進むにつれ使用周波数帯域が逼迫し従来の800MHzから1.5~2.6GHz帯のより高周波対応の表面弹性波素子を開発することが必要とされてきた。このためには単結晶基板の音速変動を±0.01%以内に抑えることが必要とされている。これまでタンタル酸リチウム単結晶の表面弹性波の音速は結晶の組成に大きく依存し、また残留分域の存在にも大きく依存することが知られており、このため、原料の調合組成や結晶のキュリー温度を管理することにより結晶の均質性を制御する方法がとられてきた。しかし、上記方法により結晶の組成や分域を管理しても結晶の部位によっては音速が微小に変動し、特に高周波用途素子においては音速に対する均質性が充分でないと新たな問題が見つかってきた。本発明は、上述した如き従来のタンタル酸リチウム単結晶の音速変動要因に結晶基板内のサブ・グレイン等に起因する微小な方位ズレが関与していることを突き止め、これを7分以内に制御するという手段により問題となる音速変動を抑えたものであって、音速の均一性に優れたタンタル酸リチウム単結晶及びこれを基板に用いることにより高周波特性を向上させた表面弹性波素子、および移動通信用電話を作成、動作せんとするものである。

## 【0004】

【問題点を解決するための手段】 表面弹性波素子作成に用いるタンタル酸リチウム単結晶ウェハーの結晶品質をX線回折により評価し、ウェハー内のサブ・グレイン

等に起因する結晶方位ズレを7分以内に制御することが音速変動をより精密に制御するために必要であることを明らかにした。さらに酸化物単結晶として従来のタンタル酸リチウム単結晶ではなく本発明によるタンタル酸リチウム単結晶を基板として用いた表面弹性波素子を作成し、音速評価を行った。

## 【0005】

【作用】上記の構成により、タンタル酸リチウム単結晶の音速変動を±0.01%以内に抑えた特性均一なタンタル酸リチウム単結晶をもちいた表面弹性波素子を安定に製造することが出来る。さらにこれを用いた移動通信用電話の小型軽量化及びGHz帯域の高周波数対応といった高性能化が可能となる。

## 【0006】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明をより詳細に説明する。

(実施例1) 試料を次の作製法により作成した。まずチヨクルスキ法により、タンタル酸リチウム単結晶を育成した。直径150mm深さ150mmのイリジウム坩堝に原料粉をいれ高周波加熱によりこれを溶かし、融液を作り、その後シード付けを行い、所定の方位に約4日間で、3インチの単結晶を育成した。この時の育成速度\*

\*は2~4mm/h、回転速度は10~30rpmである。育成に用いた原料は純度99.9から99.999%のLi<sub>2</sub>O、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>である。つぎに、上記方法により育成した結晶体を單一分域化処理を行った。その後、それぞれの結晶から3インチのウェハを作成した。つぎに、X線トポグラフ法によりウェハ内の方位ズレを評価した。方位ズレ6分程度に対して用いたX線源はMoをターゲットとし、50kV、260mAの管電圧、電流である。方位ズレがこれより小さい場合にはGeを第1結晶とした2結晶トポグラフ法を使用した。

(実施例2)これまで、低周波領域での表面弹性波素子の用途には不純物は影響ないと言われているが、高周波領域については明確にされていなかった。そこで、次に結晶の純度と表面弹性波速度の変動の関係について調べた。高純度の単結晶を育成すれば光学用途の面では好ましいのであるが、そのためには不純物量を極度に低減した原料や坩堝材や耐火物を使用することが必要で、一般に純度が一桁上がるごとにその価格は10倍以上になるので、工業的に幅広く使われる材料を安価に供給することが出来なくなる。結晶の表面弹性波速度と結晶中に含まれる不純物濃度との関係を表1に示す。

【表1】

結晶	不純物濃度 (wt ppm)			Mn	Ni	音速 (m/s) 800MH
	Al	Cr	Fe			
低純度品	4.26	1.8	10.2	0.2	4.8	4106.3±0.9
通常結晶	0.4	1.5	5.8	0.1	1.0	4106.5±0.8
高純度品	<0.1	<0.1	<1	<0.1	0.9	4106.2±0.6

不純物量はICP分析方法(誘導結合型プラズマ発光分光分析)により求めた値である。通常の表面弹性波素子基板用のタンタル酸リチウム単結晶中の不純物濃度はAl、Si、Nbが30ppm以下、Fe、Mn、Ni、Cr、Cu、V、W、U、Snが10ppm以下程度である。これら不純物量の混入経路は主に育成に用いる原料および坩堝および育成炉内の耐火物などからである。通常Al、Siが結晶内に多く含まれ易い。しかし、これら不純物元素は100ppm以上程度が含まれていても音速変動への影響はなかった。不純物を低減した結晶との音速変動と比較しても特性に大きな差はみられなかつた。このことから結晶中の不純物の現状以上の低減は

音速変動の制御には有効ではないことが判る。

(実施例3)先の実施例1の条件で育成したLT-36Y結晶から厚さ0.35mmのウェハを作成し、この結晶中のサブ・グレイン間の方位ズレを前記X線トポグラフ法で調べたところ7分より大きいものはほとんど見られなかった。これに隣接したウェハをもちいて表面弹性波速度を測定可能な簡単な素子を作成し、ウェハ内音速の分布を調べたところ、サブ・グレイン間の音速のあいだには素子電極作成に伴う音速ばらつき以上の有意差が見られなかった。表2にウェハ内の音速分布の測定例を示す。

【表2】

(4)

5 試料ウェハ	測定点 (m/s)	SAW音速	6 平均値に対する ばらつき (%)
2T03 -25 (従来品)	1	3109.79	0.046
	2	3110.29	-0.030
	3	3112.15	0.030
	4	3112.12	0.029
	5	3112.15	0.030
	6	3110.88	-0.011
	7	3111.06	-0.005
	8	3111.72	0.016
	9	3110.60	-0.020
	10	3110.72	-0.016
	11	3112.12	0.029
2T22K -21 (改良品)	1	3115.59	0.007
	2	3115.84	0.015
	3	3115.37	0.002
	4	3115.18	-0.006
	5	3115.74	0.012
	6	3115.18	-0.006
	7	3115.15	-0.007
	8	3115.74	0.012
	9	3115.25	-0.004
	10	3115.06	-0.010
	11	3115.06	-0.010

(実施例4) 本発明者らによる7分より大きな方位ズレを有するサブ・グレインを含まないような結晶基板を用いて1500MHz帯域用の表面弹性波素子を作成したところ従来以上の高い歩留りを達成出来た。

#### 【0007】

【発明の効果】 本発明によりはじめて高周波帯域で安定に動作する表面弹性波素子および移動通信用電話を高歩\*

\* 留りで作成することが出来た。これにより高度情報化社会の達成のために必須であるとされている高周波領域での情報の有効利用が可能になると考えられる。

#### 20 【図面の簡単な説明】

【図1】 ウェハに含まれるサブ・グレイン間方位ズレがほぼ7分より小さいウェハ内の音速の相対値を示した図である。

【図1】

